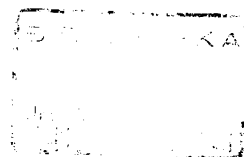


Warszawa, 30 września 1933 r.

URZĄD PATENTOWY



B01d 5/00²



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 18442.

Kl. 12 a, 6.

Société Anonyme Les Produits Chimiques Purs
(Paryż, Francja).

B01d 5/00

Sposób ekstrakcji w stanie czystym wszelkich rozpuszczalników z ich roztworów wodnych.

Zgłoszono 25 czerwca 1931 r.

Udzielono 22 maja 1933 r.

Pierwszeństwo: 28 czerwca 1930 r. (Francja).

Znany jest sposób chwytania wszelkich rozpuszczalników lotnych unoszonych przez gazy obojętne oparty na wytwarzaniu kompleksów między rozpuszczalnikami a ciałem trzecim (zwanem w dalszym ciągu opisu „produktem pomocniczym”). Kompleksy dają się rozkładać pod wpływem ciepła przy jednoczesnym uwalnianiu rozpuszczalnika oraz produktu pomocniczego. Ten ostatni można użytkować zpowrotem, wytwarzając w ten sposób cykl zamknięty.

Proces ten stanowi punkt wyjścia przemysłowego zastosowania kompleksów. W związku z ekstrakcją rozpuszczalników w stanie czystym z ich roztworów wodnych znalazły zastosowanie w przemyśle różne

inne sposoby, lecz skutkiem trudności w ich wykonaniu, skutkiem dużego kosztu aparatów oraz znacznych kosztów fabrykacji, nie zyskały one rozpowszechnienia.

Według wynalazku, w obecności wody w stanie ciekłym lub w stanie pary odciąga się (pojedynczo lub w mieszaninie) wszelkie rozpuszczalniki mieszające się z wodą; odciąga się je zapomocą wytworzenia kompleksów nie mieszających się z wodą; aby wytworzyć kompleks stosuje się jeden produkt pomocniczy lub mieszaninę produktów pomocniczych, umożliwiającą łatwe rozdzielanie przez dekantację. Rozdzielanie składników mieszaniny może się odbywać podczas rozkładania mieszanin kompleksów, bądź też podczas odzyskiwa-

nia, jeśli mieszanina początkowa znajduje się w stanie pary, ponieważ temperatury rozkładu kompleksów są określone i ponieważ można te kompleksy wytwarzać nawet osobno w temperaturach zbliżonych do temperatur ich rozkładu.

Ponieważ temperatura rozkładu jest stała, więc otrzymuje się produkty lotne o bardzo dużym stężeniu, a w celu ich otrzymania w stanie czystym wystarczy naogół poddać je obróbce dodatkowej, działając niemi na produkt pomocniczy bądź to w fazie parowej, bądź też jednocześnie w fazie parowej i ciekłej, a więc podczas prostej destylacji w obecności produktu pomocniczego.

Przy pomocy tego sposobu, stosując aparaturę mało kosztowną, przy małych kosztach fabrykacji można łatwo obrabiać wodne roztwory rozpuszczalników (węglowodorów, alkoholi, aldehydów, ketonów, kwasów, eterów i t. d.) lub ekstrahować i frakcjonować mieszaniny rozpuszczalników, np. octu drzewnego, pochodzącego z destylacji drzewa lub wszelkich produktów roślinnych w naczyniu zamkniętym, przyczem wspomniany proces daje wyniki bardzo dobre, zwłaszcza w przypadku obróbki jednego rozpuszczalnika, np. kwasu octowego z ługów pozostałościowych od fabrykacji octanów celulozy lub homologów kwasu octowego, jak kwasu masłowego, otrzymywanych przez fermentację lub w innych procesach.

Przy zastosowaniu niniejszego procesu do ekstrakcji kwasu octowego, np. z ługów pozostałościowych po fabrykacji octanu celulozy, wiązanie kwasu z wybranym produktem pomocniczym można uskutecznić bezpośrednio na ciepło lub na zimno, stosując jako wyjściowe ługi pozostałościowe w stanie ciekłym bez względu na ich stężenie. Wiązanie to można uskutecznić również, stosując ługi pozostałościowe w postaci par. Przyczem proces prowadzi się w jednym stadium lub w kilku stadiach,

wystarczających do prawie całkowitego wyczerpania wspomnianych ługów pozostałościowych.

Kwas octowy otrzymany przez dysocjację kompleksu wytworzonego w tych warunkach przez kwas octowy oraz produkt pomocniczy wykazuje bardzo wysokie stężenie.

Np. w celu wyciągnięcia kwasu octowego z ługów pozostałościowych po fabrykacji octanu celulozy, wykazujących około 30% kwasowości miesza się dokładnie w ciągu 2 lub 3 minut w temperaturze pokojowej 1.000 litrów tych ługów z 2.500 litrów produktu pomocniczego, złożonego np. z krezoli. Produkt pomocniczy, oddzielony przez dekantację wyciągnął z ługu pozostałościowego prawie całą zawartą w nim ilość kwasu octowego. Jednakże można poddać oddzielony ług ponownemu zabiegowi z tą samą ilością produktu pomocniczego, a nawet trzeciemu zabiegowi tego samego rodzaju, stosując stale te same ilości produktu pomocniczego, aby wyciągnąć prawie całkowitą ilość kwasu. Oddzielony produkt pomocniczy, jak już zaznaczono, można po dekantacji stosować kilkakrotnie do obróbki nowych porcji ługu pozostałościowego o wyższej kwasowości od kwasowości produktu pomocniczego i zabieg można powtarzać dowolną ilość razy tak, żeby otrzymać produkt pomocniczy możliwie obciążony produktem złożonym (kompleksem). Idzie więc zasadniczo o metodyczne wyczerpywanie kwasowości ługów pozostałościowych, stosując na początku produkt pomocniczy tem mniej obciążony kwasem, im mniejsza jest kwasowość ługu pozostałościowego.

Produkt pomocniczy obciążony kwasem poddaje się destylacji w celu odzyskania kwasu octowego, pochodzącego z rozkładu kompleksu. Kompleks praktycznie nie jest bezwodny, a woda uchodząca na początku w postaci pary, porywa pewną bardzo małą ilość kwasu, którą można od-

razu odzyskać, wiążąc ten kwas z produktem pomocniczym bądź to przez zraszanie (ściekanie), bądź też zapomocą przepuszczenia gazu przez ciecz.

Jako pozostałość otrzymuje się produkt pomocniczy praktycznie pozbawiony kwasu octowego, poczem produkt ten można wprowadzać ponownie w zetknięcie z nowymi porcjami ługów pozostałościowych.

Z drugiej strony, produkty otrzymane przez rozkład kompleksów można poddawać ponownie jedno lub kilkakrotnie obróbce produktem pomocniczym, w celu otrzymania ich w stanie istotnie czystym i stężonym bez potrzeby stosowania rektyfikacji.

Dzięki niniejszemu sposobowi można odzyskiwać bezpośrednio w stanie wysokiego stężenia prawie całkowitą ilość kwasu zawartą w tych ługach pozostałościowych bez konieczności wytwarzania octanu potasowca lub wapniowca.

Ponieważ produkt pomocniczy stosuje się w cyklu zamkniętym bez znaczniejszej straty, więc widocznym jest, że to zastosowanie wynalazku niniejszego jest bardzo ekonomiczne.

Jeśli idzie o ekstrakcję homologów kwasu octowego, to uskutecznia się ją w taki sam sposób bez względu na ich stężenie. W każdym razie, ponieważ rozpuszczalność wyższych homologów kwasu octowego obniża się w miarę wzrostu ich ciężarów cząsteczkowych i ponieważ ich temperatura wrzenia wzrasta w miarę wzrostu ich ciężarów cząsteczkowych, więc ekstrakcja tych homologów z ich roztworów wodnych zapomocą wspomnianego produktu pomocniczego jest tem łatwiejsza, im dalszy człon szeregu podlega obróbce.

W przypadku ekstrakcji kwasu masłowego ciecz możliwie dokładnie wprowadza się w zetknięcie z produktem pomocniczym, np. związkami fenolowemi. Kwas wiąże się natychmiast z produktem pomoc-

niczym, przyczem wystarcza kilkakrotnie powtórzyć obróbkę w celu całkowitego odzyskania kwasu. Odpowiednią fazę (produkt pomocniczy i kwas octowy) poddaje się następnie destylacji, aby otrzymać z jednej strony kwas o wysokiem stężeniu, a z drugiej nienaruszony produkt pomocniczy.

W związku z kwasem masłowym należy zaznaczyć, że jego rozpuszczalność w wodzie jest znacznie mniejsza od rozpuszczalności kwasu octowego (ponieważ jego ciężar cząsteczkowy jest większy), a zatem odzyskiwanie za pośrednictwem produktu pomocniczego jest znacznie ułatwione. Prócz tego różnica między temperaturą wrzenia wody i kwasu jest większa dla kwasu masłowego, niż dla kwasu octowego i dzięki temu ekstrakcja kwasu masłowego jest znacznie łatwiejsza od ekstrakcji kwasu masłowego. Zastosowanie tego procesu daje doskonałe wyniki przy otrzymywaniu kwasu masłowego wytworzonego podczas fermentacji, ponieważ proces ten jest bezpośredni i obchodzi się zupełnie bez wytwarzania maślanów, jako stadium przejściowego.

Jeśli produkt początkowy jest w stanie pary, to można rozfrakcjonować składniki mieszaniny, wprowadzając w reakcję produkt pomocniczy w temperaturach malejących, takich żeby w każdej z danych temperatur tylko jeden z kompleksów był trwały i dawał produkt lotny w stanie zupełnie czystym.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób ekstrakcji w stanie istotnie czystym lotnych rozpuszczalników z ich wodnych roztworów, znamienny tem, że roztwór wodny wprowadza się w dokładne zetknięcie z produktem pomocniczym, złożonym z jednej lub kilku substancyj organicznych o temperaturze wrzenia wyższej lub niższej od temperatury wrzenia obra-

bianego wodnego roztworu i zdolnym do wytworzenia z rozpuszczalnikiem kompleksu nie mieszającego się z wodą i nie rozkładającego się w temperaturze wrzenia wspomnianego roztworu wodnego, poczem kompleks ten oddziela się od roztworu wodnego przez dekantację i poddaje destylacji w celu oddzielenia rozpuszczalnika w stanie prawie czystym od produktu pomocniczego, który może służyć natychmiast do nowej ekstrakcji.

2. Sposób ekstrakcji, znamienny tem, że roztwór rozpuszczalnika przeznaczonego do ekstrakcji traktuje się produktem pomocniczym w fazie ciekłej i na zimno.

3. Sposób ekstrakcji według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwór wodny rozpuszczalnika traktuje się produktem pomocniczym w fazie ciekłej i na gorąco.

4. Sposób ekstrakcji według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwór wodny rozpuszczalnika traktuje się w fazie pary.

5. Sposób ekstrakcji według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwór wodny rozpuszczalnika traktuje się kilkakrotnie kolejno na zimno lub na gorąco nowymi ilościami produktu pomocniczego, w którym wzrasta stężenie kompleksu.

6. Sposób ekstrakcji według zastrz. 5, znamienny tem, że tę samą ilość produktu pomocniczego wprowadza się w zetknięcie kolejno z nowymi porcjami roztworu wodnego, aż do chwili, gdy produkt po-

mocniczy dostatecznie zostanie wzbogacony kompleksem.

7. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że produktem pomocniczym działa się w temperaturach malejących tak, żeby w każdej z danych temperatur tylko jeden kompleks był trwały i dawał produkt lotny w stanie istotnie czystym.

8. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że produktem pomocniczym działa się na wszystkie składniki mieszaniny substancyj przeznaczonej do ekstrakcji, przyczem te składniki w stanie istotnie czystym rozdziela się, poddając mieszaninę kompleksów destylacji.

9. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że rozpuszczalnik odciąga się z zawierającej go pary, utrwalać go na produkcie pomocniczym, przez który przepuszcza się tę parę, a otrzymany kompleks rozkłada się przez destylację.

10. Sposób według zastrz. 1 w zastosowaniu do otrzymywania istotnie czystych i stężonych rozpuszczalników, znamienny tem, że nowy produkt otrzymany przez rozkład kompleksów traktuje się produktem pomocniczym i otrzymany nowy kompleks poddaje się destylacji.

Société Anonyme
Les Produits Chimiques Purs.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.